

**TREATMENT METHOD AND ITS INSTALLATION OF CARBON FIBRE SURFACE****Publication number:** CN1032042**Publication date:** 1989-03-29**Inventor:** FU HE (CN); RUNE WANG (CN); SHUYUAN HOU (CN)**Applicant:** SHANXI COAL CHEMICAL RESERCH I (CN)**Classification:****- International:** *D01F9/12; D01F11/10; D01F9/12; D01F11/00*; (IPC1-7):  
D01F11/10; D01F9/12**- European:****Application number:** CN19861008839 19861225**Priority number(s):** CN19861008839 19861225[Report a data error here](#)**Abstract of CN1032042**

It is a kind of carbon fibre surface treatment method and its installation used to improve the activity of carbon fibre surface. The gas consists of oxygen passes the high active ozone (consistency 0.5-1.5mg/e.) which is produced by the ultra violet ray ozone generator composed of ultraviolet ray lantern and sealed gas container. Then lead it to enter the carbon fibre surface treatment furnace to go on the surface treatment with carbon fibre which is come from the carbon furnace. The installation of the said invention is simple, the technological process is short, operation is convenient, and can forms a complete set with the carbon fibre production line, the treatment result is evident. After treatment, the shearing strength between layers of the carbon fibre composed material can reach 800-1080kg/cm<sup>2</sup>.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



# (12) 发明专利申请公开说明书

(21) 申请号 86108839.5

(51) Int.Cl<sup>4</sup>

D01F 11/10

(43) 公开日 1989年3月29日

(22) 申请日 86.12.25

(71) 申请人 中国科学院山西煤炭化学研究所

地址 山西省太原市 165 信箱

(72) 发明人 贺 福 王润娥 侯树元

(74) 专利代理机构 中国科学院山西专利事务所

代理人 茅秀彬 张承华

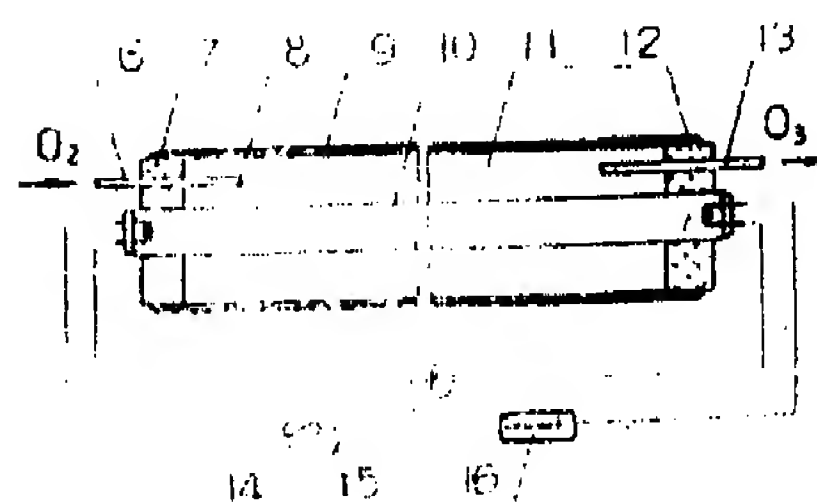
D01F 9/12

说明书页数: 15 附图页数: 3

(54) 发明名称 碳纤维表面处理处理方法及其设备

(57) 摘要

一种用于改善碳纤维表面活性的碳纤维表面处理方法及其设备, 将含有氧气的气体通过由紫外灯管(10)和密闭气体容器(11)等组成的紫外线臭氧发生器所产生的高活性的臭氧(臭氧的浓度为 0.5 毫克/升~15 毫克/升)连续导入碳纤维表面处理炉与来自碳化炉的碳纤维进行表面处理。本发明设备结构简单, 工艺流程短, 操作方便且能与碳纤维生产线相配套, 处理效果显著, 经处理, 碳纤维复合材料的层间剪切强度可达 800~1080kg/cm<sup>2</sup>。



1. 一种用于改善碳纤维表面活性的碳纤维表面处理方法，包括以下步骤：

(1) 含有氧气的气体经脱水干燥，流量计计量后进入臭氧发生器，产生含有臭氧的氧化性气氛，并连续导入表面处理炉；

(2) 来自碳化炉的碳纤维连续通过表面处理炉，在含有臭氧的氧化性气氛下进行表面处理；

其特征在于：

(1) 上述含有氧气的气体中的氧的浓度为 10~100%；

(2) 上述含有氧气的气体通过含有紫外灯管〔10〕和密闭气体容器〔11〕的至少一个紫外线臭氧发生器〔2〕，产生碳纤维表面处理用的含有臭氧的氧化性气氛，通过密闭气体容器〔11〕的气体线速为 0.5 厘米/分~40 厘米/分；

(3) 上述含有臭氧的氧化性气体连续通入碳纤维表面处理炉，臭氧的浓度为 0.5 毫克/升~15 毫克/升；

(4) 碳纤维表面处理温度为 70~150℃，碳纤维表面处理时间为 30 秒~800 秒；

2. 按权利要求 1 所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的碳纤维是聚丙烯腈碳纤维。

3. 按权利要求 1 或 2 所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说

的通过密闭气体容器〔II〕的气体线速为3厘米/分~20厘米/分，最好为6厘米/分~12厘米/分。

4.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的用于碳纤维表面处理的氧化性气氛中臭氧的浓度是1毫克/升~10毫克/升。

5.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的用于碳纤维表面处理的氧化性气氛中臭氧的浓度是1.2毫克/升~6毫克/升。

6.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的含有氧气的气体中氧的浓度为21~100%，最好为42~100%。

7.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的碳纤维表面处理温度为80~130℃。

8.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的碳纤维表面处理温度为90~110℃。

9.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的碳纤维表面处理时间为90秒~450秒。

10.如权利要求1或2所述的碳纤维表面处理方法，其特征在于所说的碳纤维表面处理时间为150秒~360秒。

11.为实现权利要求1的方法所设计的碳纤维表面处理用设备，包括：臭氧发生系统和碳纤维表面处理炉，其中臭氧发生系统包括干燥塔〔4〕、流量计〔5〕以及臭氧发生器〔2〕，碳纤维表面处理炉〔1〕由炉体〔22〕、位于炉体外〔2〕的加热层〔20〕、保温层〔19〕、至少一根臭氧进气分布管〔21〕以及设置在炉体两端的调节板〔17〕和调节板〔23〕等组成，其特征在于所说的臭氧发生器至少是一个紫外线臭氧发生器〔2〕，它由带有气体入口〔6〕和气体出口〔13〕的密闭气体容器〔11〕、设置在密闭气体容器内的紫外灯管〔10〕、起辉器〔15〕、电源〔14〕、限流器〔16〕组成。

12.如权利要求11所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在于多个紫外线臭氧发生器是以串并联方式相连接。

13.如权利要求11或12所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在于所述的密闭气体容器〔11〕是由玻璃套管〔9〕和硅橡胶塞〔7〕、硅橡胶塞〔12〕组成。

14.如权利要求13所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在于密闭容器〔11〕外另有屏蔽反射层〔8〕。

15.如权利要求14所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在于所说的屏蔽反射层是金属薄层或镀有金属的高分子薄膜层。

16.如权利要求11或12所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在

于所说的调节板〔17〕和调节板〔23〕分别由上、下两块调节板组成，每块调节板各有两个前后对称的纵向调节槽，分别通过相应的螺钉〔24〕调整上下调节板间的相对位置。

17.如权利要求14所述的碳纤维表面处理用设备，其特征在于所说的调节板〔17〕和调节板〔23〕分别由上、下两块调节板组成，每块调节板各有两个前后对称的纵向调节槽，分别通过相应的螺钉〔24〕调整上下调节板间的相对位置。



## 碳纤维表面处理方法及其设备

本发明属于碳纤维及其复合材料，具体地说涉及改善碳纤维表面活性的方法及其设备。

碳纤维及其复合材料兼备高比强度、高比模量、耐疲劳、抗蠕变、耐烧蚀及热膨胀系数小等一系列优异性能，因而它不仅被广泛地用作航天、航空等尖端技术中不可缺少的结构材料和耐烧蚀材料，而且也是民用工业更新换代的新材料。但是，（由于碳纤维的比表面积小（活性比表面积更小），表面能低，表面呈现出憎液性，因此与基体树脂的相容性差，两相界面粘接力弱，从而导致层间剪切强度(ILSS)低，严重影响其应用。对碳纤维进行表面处理可改善其表面活性，使表面由憎液性转变为亲液性，因此使两相界之间的粘接力增强，从而提高了层间剪切强度。）

（碳纤维表面处理的方法很多，主要有液相氧化、电解阳极氧化以及气相氧化等方法。）

液相氧化方法（USP 3 4 1 3 0 9 4），工艺较为复杂，处理时间长，不可能与碳纤维生产线相匹配，通常多用于实验室研究机理或间歇式表面处理。具有工业实用价值的主要是电解阳极氧化和气相氧化方法。

- 1 -

电解阳极氧化法（特开昭56-53275）处理时间短，效果显著，层间剪切强度可达 $900 \sim 950 \text{ kg/cm}^2$ ，但经电解阳极氧化处理后的碳纤维，必须先经热水水洗工序洗掉金属离子，再经干燥工序，然后才能浸渍保护胶。显然，工艺比较繁琐。

气相氧化法，工艺比较简单，碳纤维在氧化性气氛下进行表面处理后可直接浸渍保护胶。气相氧化法可用的氧化性气氛较多，其中空气氧化法处理温度在 $400^\circ\text{C}$ 以上，反应激烈，不易控制，常因深度氧化而使碳纤维严重失重，导致其强度下降（USP3476703）。采用臭氧氧化法，则因臭氧氧化活性高，所以不仅处理时间短（数十秒至数分）而且处理条件缓和（处理温度在 $200^\circ\text{C}$ 以下），处理效果也较好。

美国专利（USP3723607）公开了臭氧氧化碳纤维表面处理方法，该法是以空气或氧气经旋风分离器、过滤器、干燥器等进行严格的干燥净化除尘后，通过臭氧发生器的高压放电环隙而产生臭氧，碳纤维在 $1200^\circ\text{C}$ 高温下的惰性气体气氛中先处理数十秒，然后在臭氧浓度为 $20 \sim 40$ 毫克/升的表面处理炉中进行表面处理。该方法采用的高压无声放电发生臭氧的方法，臭氧发生器本身结构比较复杂，另外还配有升压、调压系统，而且空气或氧气的干燥净化要求也高。由于工作电压高（初级电压为 $100\text{V}$ ，工作电压约 $5 \sim 6\text{KV}$ ）所以不仅耗电量，还需大量的冷却水，而且操作不安全；该法所用的臭氧浓度高，



易造成对环境的污染；碳纤维未经惰性气体高温预处理，导致碳纤维的失重（2.5%），严重影响了碳纤维的抗拉强度。

本发明的目的在于提供一种工艺流程简单，操作方便，处理效果显著的且能与碳纤维生产线相配套的碳纤维表面处理方法及其相应的、结构简单的碳纤维表面处理设备。

本发明所涉及的碳纤维表面处理方法是这样实现的：

含有氧气的气体通过干燥塔脱水干燥、流量计计量后进入臭氧发生器，产生含有一定臭氧浓度的氧化性气体，并连续导入碳纤维表面处理炉与来自碳化炉的碳纤维接触进行表面处理，其特点在于：

(1)所说的含有氧气的气体中的氧的浓度为10~100%。

(2)碳纤维表面处理用的含有臭氧的氧化性气体是以上述含有氧气的气体为气源通过至少一个包含有紫外灯管和密闭气体容器的紫外线臭氧发生器产生的，通过密闭气体容器的气体线速度应控制在0.5厘米/分~40厘米/分。

(3)用于碳纤维表面处理的含有臭氧的氧化性气氛中臭氧浓度为0.5毫克/升~15毫克/升。

(4)碳纤维表面处理温度为70~150℃，碳纤维表面处理时间为30秒~600秒。

-3-

本发明采用紫外线臭氧发生器发生碳纤维表面处理用的含臭氧的氧化性气体，由于紫外线臭氧发生器结构简单，也无需苛刻的条件，而且由此产生的臭氧活性高，因此本方法不仅工艺流程简单，操作方便，而且处理时间短，处理效果显著。

(本发明所提供的碳纤维表面处理方法，根据复合材料的化学键理论，利用高氧化活性的臭氧，氧化碳纤维表面的不饱和碳原子，使其成为羧基、羟基、羰基等含氧官能团，提高碳纤维表面活性，使其憎液性变为亲液性，强化两相之间的粘接程度。)因此，本方法是改善碳纤维表面活性从而提高碳纤维层间剪切强度的有效方法，例如可以适用于聚丙烯腈系碳纤维、沥青系碳纤维、石墨纤维以及人造丝系碳纤维。

本发明可适用于1K、3K、6K和12K的碳纤维，处理的丝束数可以是1束、10束、30束、100束和200束。

为确保本发明所涉及的紫外线臭氧发生器具有较佳的发生臭氧的效果，在选定适宜的紫外灯管的功率、尺寸以及与此相匹配的密闭气体容器之后，主要通过调节含有氧气的气体的流量使进入密闭气体容器的气体有一适宜的线速度，本发明适用0.5厘米/分~40厘米/分，较好的进气线速度为3厘米/分~20厘米/分，最好适用6厘米/分~12厘米/分，线速过小，紫外线发生器温度升高，不利于正常工作，

— 4 —

线速过大，臭氧浓度低，含氧气的气体消耗大。

对于一个选定的紫外线臭氧发生器，由于受功率和尺寸的限制，它所产生的含臭氧的气体中臭氧的浓度和气量往往不能满足碳纤维表面处理工艺要求，通常需多个紫外线臭氧发生器。含氧气气源按附图2中所示的串联形式进入多个紫外线臭氧发生器可得到较高的臭氧浓度，按附图2中的并联形式，则臭氧浓度与单个臭氧发生器发生的臭氧浓度相同（通过每个紫外线臭氧发生器的线速度相同或体积流量相同时）但气量较大，含氧气气源按串、并联形式进入各臭氧发生器，即可得到较高臭氧浓度和较大气量的含臭氧的氧化性气体。

对于一个具体的表面处理炉，含臭氧气体在炉内必有一适宜的停留时间，停留时间过长，臭氧利用率高，但处理效果差，停留时间短，臭氧利用率低，处理成本高。本发明通过调节含氧气气体的流量和选择含氧气气体进入各紫外线臭氧发生器的方式，使产生的含臭氧气体在表面处理炉内的停留时间为0.1分~5分，以0.5分~1.5分为佳。

本发明通过调节含氧气气体的流量和选择含氧气气体进入紫外线臭氧发生器的方式，使其表面处理用的含臭氧的气体中的臭氧浓度为0.5毫克/升~1.5毫克/升，当臭氧浓度为1毫克/升~10毫克/升时处理效果较好，最好选用1.2毫克/升~8毫克/升。臭氧浓度过低，处理效果差，达不到预期的目的，臭氧浓度过高，不仅浪费含奥

氧气源，而且还造成对环境的污染。

本发明所说的含氧气的原料气，例如可以是空气，也可以是氧气，以空气作原料气，成本较低，适于工业生产，但产生的臭氧浓度较低，可通过多个紫外线发生器串联得到解决，选用氧气作原料气，虽然原料气成本会高一些，但消耗量少，而且产生的臭氧浓度高，所以既适用于不同规模工业生产也可用于小试。

本发明所说的碳纤维表面处理温度为 $70\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，优选的温度范围为 $80\sim 130^{\circ}\text{C}$ ，最佳温度为 $90\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。温度低于 $70^{\circ}\text{C}$ ，臭氧对碳纤维表面碳原子的氧化效果明显下降，温度高于 $150^{\circ}\text{C}$ 时，臭氧本身易分解，起不到氧化作用。

本发明所说的碳纤维表面处理时间为30秒 $\sim$ 800秒，以90秒 $\sim$ 450秒较适宜，最好选用150秒 $\sim$ 300秒。处理时间小于30秒时，氧化效果不显著，处理时间大于800秒时，会造成氧化失重而使碳纤维的强度下降。在表面处理炉长一定的条件下，可通过调节碳纤维的走丝速度来控制处理时间。

本发明按如下方法测定臭氧浓度，碳纤维表面含氧官能团，碳纤维层间剪切强度：

臭氧浓度的测定。



用移液管吸取 20 ml 20% 中性碘化钾溶液至 1000 ml 的气体吸收瓶中，并用蒸馏水稀释到 500 ml，经流量计计量的含臭氧气体，以每分钟 400 ml 的流速通过上述含有碘化钾溶液的气体吸收瓶 10 分钟，然后加入 10 ml 6NH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 进行酸化，并用 0.1000 N 的 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 溶液滴定到淡黄色，加入 2 ml 淀粉指示剂，呈兰紫色，再用 0.1000 N Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 滴到无色，根据下式即可算出臭氧浓度。

$$O_3 \text{ (mg/l)} = \frac{48 \times 1000 \times N_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{2 \times 4 \times 1000}$$

### 碳纤维表面含氧官能团的测定

在分析天平上称取  $0.2 \pm 0.001$  克碳纤维于碘量瓶中，浸泡在 80 毫升 0.001 N 的 NaOH 水溶液中，浸泡 70 小时，并每隔 4 小时搅动一次，然后在 PH 计指示下，用 0.001 N HCl 滴至 PH=7 为止。然后根据差减和中和法计算出碳纤维表面含氧官能团的浓度。

### 层间剪切强度的测量

碳纤维浸渍 40% (重量) 环氧树脂 648 的丙酮胺液 (三氧化磷单乙胺为固化剂，用量为树脂重量的 3%)，排成无纬布，并制成单向复合材料板材 (标准厚度 2 mm)。单向板材在砂轮切割机上切成标准测试样品 ( $20 \times 6 \times 2$  mm)，在万能材料试验机上以跨距比为 5 比 1 测其剪切断裂载荷 P，按下式计算层间剪切强度  $\tau$  (b 和 d 分别为



测试样品的宽度与厚度)。一般取10个样的平均值。

$$\tau = \frac{3 \times P}{4 \times b \times d}$$

本发明涉及的碳纤维表面处理用设备，包括臭氧发生系统和碳纤维表面处理炉两部份，其中臭氧发生系统包括用于脱除含氧气的氣體中的水份的干燥塔、流量计以及臭氧发生器；碳纤维表面处理炉由炉体、位于炉体外的加热保温层、至少一根臭氧气体进气分布管以及设置在炉体两端的调节板组成，其特点在于所说臭氧发生器至少是一个紫外线臭氧发生器，它由带有进气管的密闭气体容器、设置在密闭气体容器内的紫外灯管以及起辉器、电源、限流器组成。

为满足碳纤维表面处理工艺过程中对含臭氧气体的流量及其臭氧浓度的不同要求，例如可以有多个相同的紫外线臭氧发生器连接在一起，其连接方式可以是附图2中所示的串联，并联或串并联，通常选用串并联连接方式，满足表面处理所需的臭氧浓度和足够的气量。

上述的紫外灯管、起辉器、电源、限流器构成紫外线发生单元，是公知公用的成套产品，根据需要选用市售不同功率不同电压的紫外灯管以及与此配套的起辉器、限流器，交流电源，通常选用市售220V交流电源的30瓦或40瓦紫外灯管（ZSZ30，上海电光器件厂）以及配套的起辉器、限流器与紫外灯管相匹配的密闭气体容器，其主要作用

在于确保含氧气体源流过该容器时经受足够强度的紫外线照射而产生臭氧，流动气源可带走紫外灯所产生的热能，因此紫外灯管的长度和管径选定后，密闭气体容器的长度随之确定，密闭气体容器的横截面积也随之基本确定。过大的横截面，含氧气体不能充分有效地受紫外线的照射，影响了发生臭氧的效果，过小的横截面则由于含氧气体在发生器内停留时间短，而影响了产生臭氧的效率。

密闭气体容器可以选用玻璃套管，石英套管或金属套管，塞子可選用硅橡胶塞。

上述密闭气体容器还可以通过外镀、涂或外面包裹屏蔽反射物质，例如，可以是外镀金属薄层，还可以是外包裹镀金属的高分子薄膜层，或通过金属套管内壁抛光等方法使紫外线在容器内多次反射，增强紫外线的有效强度，改善臭氧发生效果或防止紫外线污染环境。若选用玻璃套管，则推荐选用两面镀有铝层聚酯薄膜包裹在管外，或采用制镜工艺在管外直接镀金属薄层例如可以是纯银、纯铝。

本发明所说的调节板可以是四块，炉体两端各有上、下两块调节板，每块调节板上各有两个前后对称的纵向调节槽，分别通过相应的位于槽内的螺钉调整上下调节板间的相对位置，从而达到自由调节走丝狭缝大小的目的。在碳纤维进行表面处理时，上调节板（位于炉体上部的调节板）通过调节槽向下，而下调节板通过调节槽向上，调节

走丝狭缝宽1~4 mm。这既可使丝束连续通过表面处理炉，又可保证表面处理炉内的含臭氧气体与碳纤维表面充分接触，当需要穿丝或排除故障时，则可使上调节板向上，下调节板向下，扩大走丝狭缝的宽度。

为了使进入表面处理炉的含臭氧气体在炉内分布均匀，气体分布管可以有多根，可以从表面处理炉的两个侧面的不同位置进入表面处理炉内，管的顶端封闭，由进气端到顶端，开孔的孔径逐渐增大，孔间的距离逐渐减小。

本发明与其它气相氧化法一样，碳纤维经表面处理后可直接浸渍保护胶，而且能与碳纤维生产线相配套。

本发明采用紫外线发生臭氧的方法提供表面处理用的含臭氧的氧化性气源，与已有技术相比有以下优点：

1. 紫外线臭氧发生器结构简单，通常以市售的紫外灯管作为紫外线发生源，可直接使用220V的交流电，不需复杂的变压、升压装置，因此操作安全、方便、省电、节约水，设备投资大大降低。

2. 紫外线发生臭氧的方法，以普通的含氧气的作为发生臭氧的气源，无需严格的干燥净化，因此操作方便，且缩短了工艺流程。

3. 可能由于紫外线法与高压无声放电发生臭氧的机理不同，所产生的臭氧结构不同，本法所产生的臭氧活性很高，因此，如实施例2—5所示，当臭氧浓度为1.8毫克/升~3.25毫克/升时取得了很好的处

理效果，经处理后的碳纤维复合材料的层间剪切强度达  $844 \text{ kg/cm}^2$ ，而其臭氧浓度远远低于  $20 - 40$  毫克/升（USP 3413094），因此大大减少了环境的污染，而其层间剪切强度则相当高。

4 本法采用外镀金属薄层的紫外发生器，其发生臭氧效率很高，如实施例 5 所示，仅一个功耗为 30 瓦的紫外线臭氧发生器即可产生臭氧浓度为  $2.78$  毫克/升的氧化性气氛。

5 本法不仅可用于小试（如实施例 4 - 5），而且也可用于中试（如实施例 3）和工业生产线（实施例 2）。

图 1 是碳纤维表面处理流程示意图。

图 2 是多个紫外线臭氧发生器连接方式示意图。

图 3 是紫外线臭氧发生器结构简图。

图 4 是碳纤维表面处理炉结构简图。

### 实施例 1

本发明将结合附图 1 - 4 对碳纤维表面处理设备的具体实施方式予以说明。本发明所说的碳纤维表面处理设备，包括臭氧发生系统和碳纤维表面处理炉两部份，其中臭氧发生系统（如附图 1）包括稳压罐〔3〕、用于脱除含氧气体中水份的干燥塔〔4〕、流量计〔5〕以及臭氧发生器〔2〕。臭氧发生器〔2〕是由三组并联的紫外线臭氧发生器组成，每组包括按附图 2 方式连接的 4 个紫外线臭氧发生器。每组



紫外线臭氧发生器的出口分别与设置在表面处理炉〔D〕内的一根进气分布管〔21〕相连，如附图3所示，每个紫外线臭氧发生器由带有进气管〔6〕、出气管〔13〕的密闭气体容器〔11〕，设置在密闭气体容器内的紫外灯管〔10〕以及与紫外灯管相配套的起辉器〔15〕、电源〔14〕、限流器〔16〕所组成，密闭气体容器是由直径为 $\phi 52 \times 2$ 、长度为820的玻璃套管〔9〕和硅橡胶塞〔7〕、硅橡胶塞〔12〕组成，紫外灯管为市售（ZS230，上海电光器件厂），管长900，管径 $\phi 21$ ，功率30瓦，电源为220V。玻璃套管外包裹有镀铝聚酯薄膜屏蔽反射层，如附图4所示碳纤维表面处理炉〔D〕是由长1000、宽120、高80的两端开口的长方形不锈钢炉体〔22〕、炉体外的电加热层〔20〕、保温层〔19〕、分别与上述三组紫外线臭氧发生器出口相连接的三根进气分布管〔21〕以及用于调节走丝狭缝宽度的调节板〔17〕和调节板〔23〕组成，其中进气分布管的管径为 $\phi 10 \times 1$ ，管长为800，开孔孔径为 $\phi 0.5 \sim \phi 1.2$ ，开孔率约3%。

## 实施例2

氧气钢瓶中的氧气经减压、稳压罐〔3〕稳压、干燥塔〔4〕脱水干燥、流量计〔5〕计量后的流量为0.6米<sup>3</sup>/时的氧气进入实施例1所述连接方式的紫外线臭氧发生器〔2〕产生臭氧浓度为2.68毫克/升的含氧气体，经实施例1所述的进气分布管〔21〕连接通过表面处理



炉口与来自碳化炉的走丝速度为1.4米/时的100束3K聚丙烯腈碳纤维（上海碳素厂），在炉温100℃下进行表面处理。按上述说明部分所述的测试方法测得表面处理前后的碳纤维及其复合材料的主要性质列于表1。

表1 表面处理前后碳纤维的主要性质

项目	碳纤维原料	层间剪切强度 $\text{kg} / \text{cm}^2$	抗拉强度 $\text{kg} / \text{mm}^2$
处理前	100束3K 聚丙烯腈碳纤维	722	311
处理后	" "	1025	336

### 实施例3

来自车间空气管线的空气经稳压罐稳压，干燥塔脱水干燥、流量计计量后的流量为0.8米<sup>3</sup>/时的空气进入实施例1所述连接方式的紫外线臭氧发生器产生臭氧浓度为1.56毫克/升的含臭氧气体，经实施例1所述的进气分布管连续通过表面处理炉与来自碳化炉的走丝速度为1.4米/时的30束3K聚丙烯腈碳纤维（上海碳素厂）在炉温100℃下进行表面处理。测试结果为：层间剪切强度由596 $\text{kg} / \text{cm}^2$ 提高到844 $\text{kg} / \text{cm}^2$ ，抗拉强度由259 $\text{kg} / \text{mm}^2$ 提高至272 $\text{kg} / \text{mm}^2$ 。

#### 实施例4

氧气钢瓶中的氧气经减压、稳压罐稳压、干燥塔脱水干燥、流量计计量后的流量为0.15米<sup>3</sup>/时的氧气进入两个串联连接的紫外线臭氧发生器产生臭氧浓度为180毫克/升的含臭氧气体，经一根进气分布管连接通过表面处理炉与走丝速度为30米/时的1束K聚丙烯腈碳纤维（上海碳素厂）在炉温90℃下进行表面处理。表面处理炉的尺寸为长2米， $\phi 24 \times 2$ 的石英管，上述进气分布管的尺寸为：长800， $\phi 6 \times 1$ 。测试结果见表2。

表2 表面处理前后的碳纤维的主要性质

项 目	碳纤维原料	表面含氧官能团 浓 度 $\mu\text{eq} / \text{g} \cdot$	层间剪切强度 $\text{kg} / \text{cm}^2$	抗拉强度 $\text{kg} / \text{mm}^2$
处理前	1束1K 聚丙烯腈碳纤维	117	679	277
处理后	" "	179	1059	290

•  $\mu\text{eq} / \text{g}$  为微克当量/克

#### 实施例5

氧气钢瓶的氧气经减压、稳压罐稳压、干燥塔脱水干燥、流量计计

量后的流量为  $0.15 \text{ 米}^3/\text{时}$  的氧气进入单个紫外线臭氧发生器产生臭氧浓度为  $2.78 \text{ 毫克/升}$  的含臭氧的气体，连续通过表面处理炉与走丝速度为  $30 \text{ 米/时}$  的 1 束 1 K 聚丙烯腈碳纤维（上海碳素厂）在炉温  $90^\circ\text{C}$  下进行表面处理，上述紫外线臭氧发生器的玻璃套管内镀有铝层代替实施例 2—4 的镀铝聚酯薄膜。测试结果为：表含氧官能团浓度由  $117 \mu\text{eq/g}$  提高到  $196 \mu\text{eq/g}$ ，层间剪切强度由  $679 \text{ kg/cm}^2$  提高至  $1080 \text{ kg/cm}^2$ 。

由实施例 2—5 的处理结果表明，碳纤维采用本方法处理后层间剪切强度大大提高，碳纤维的抗拉强度也略有提高，处理效果十分显著。

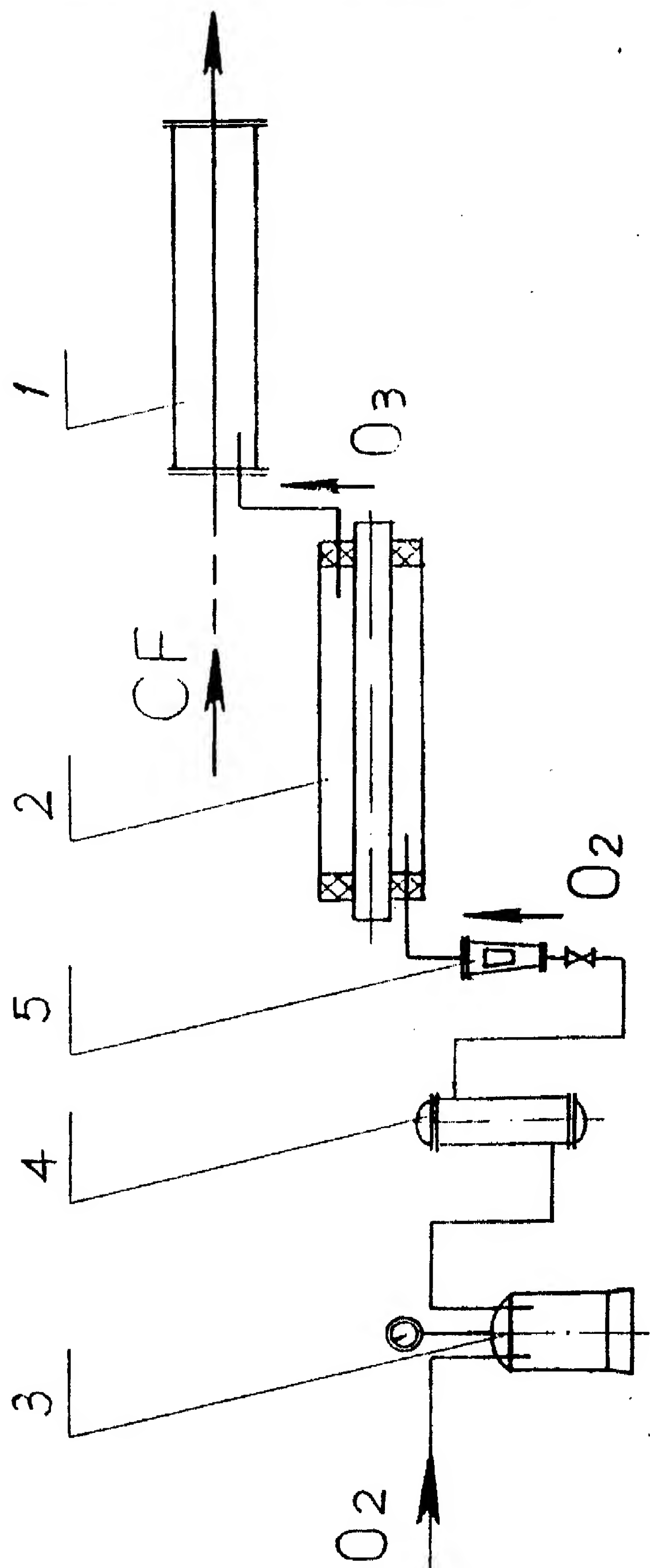


图 1

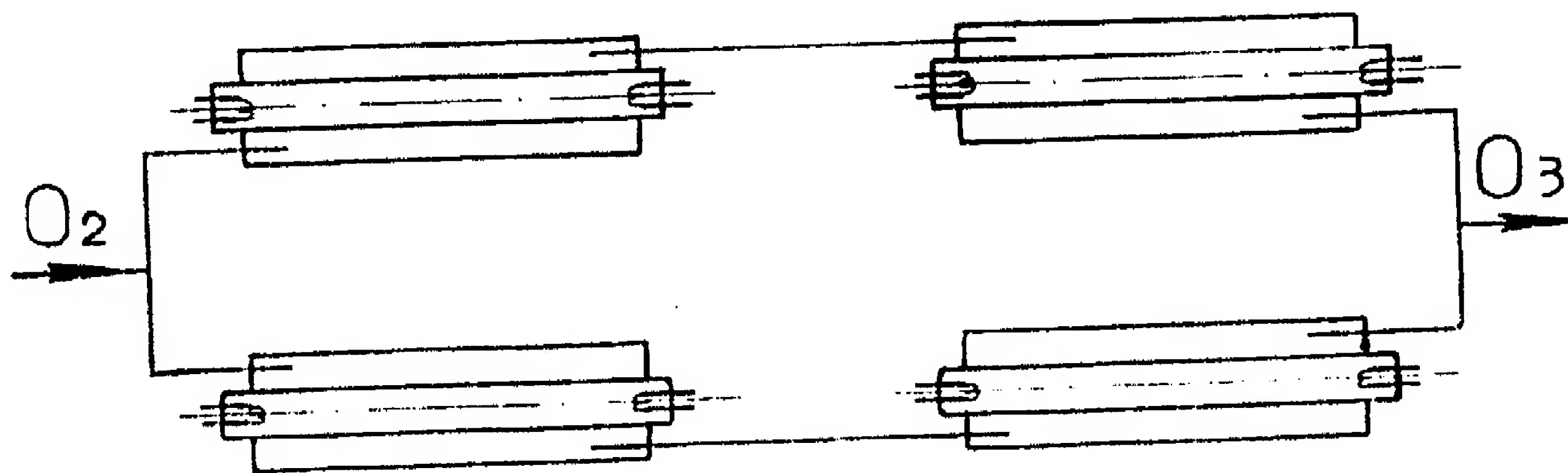


图 2

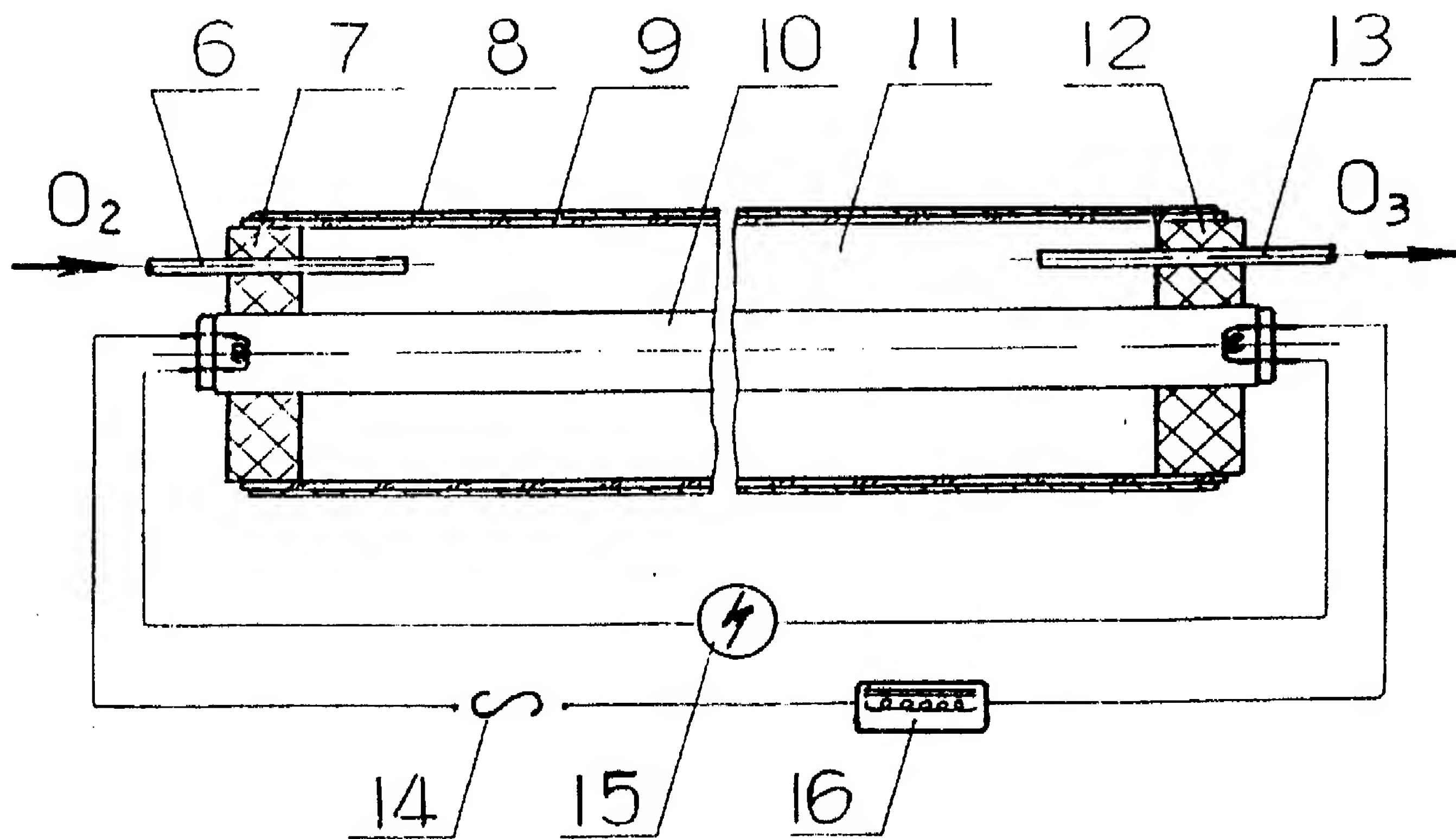


图 3



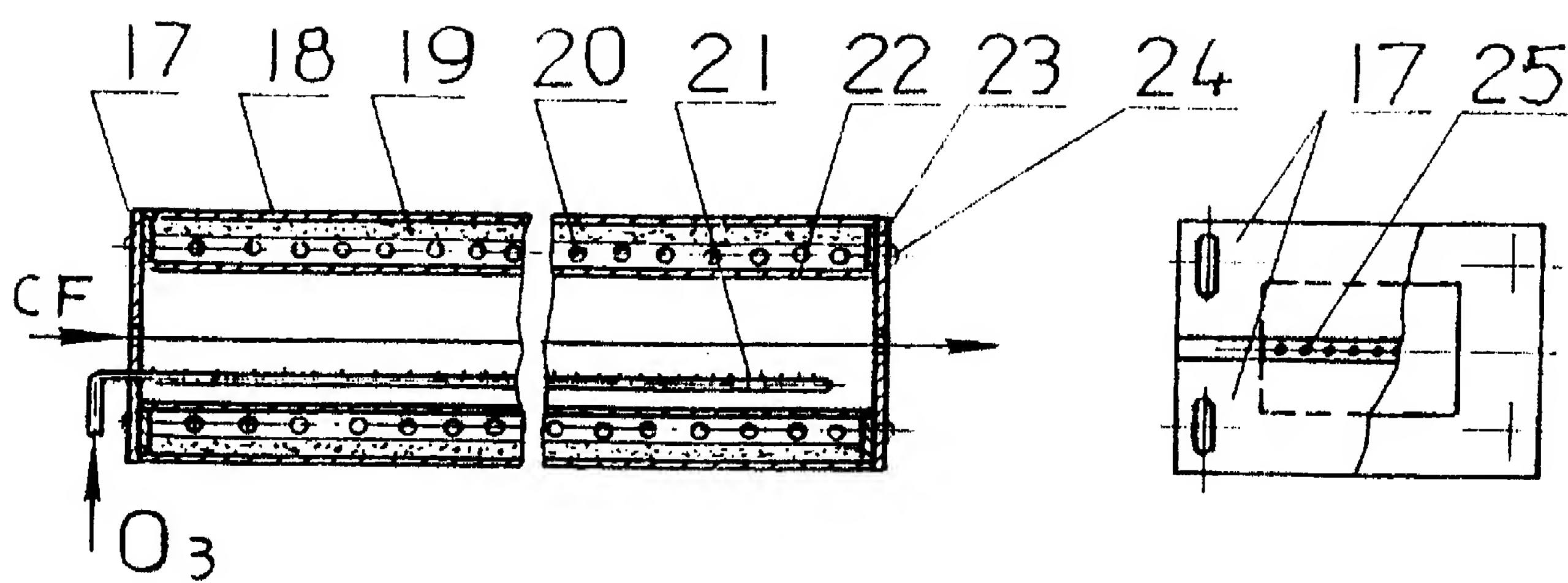


图 4